

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-285367

(43)Date of publication of application : 07.10.2003

(51)Int.Cl.

B29C 55/02  
B29C 41/28  
C08J 5/18  
G02B 5/30  
// B29K 1:00  
B29L 7:00  
C08L 1:08

(21)Application number : 2002-089614

(71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing : 27.03.2002

(72)Inventor : NAKAMURA TOSHIKAZU  
YAMAZAKI HIDEKAZU

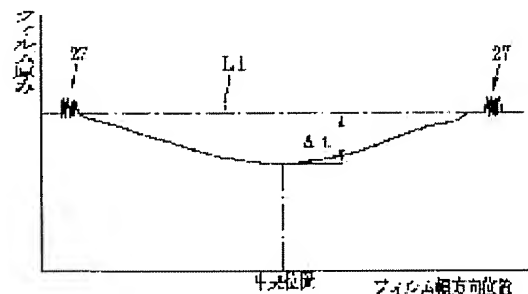
## (54) METHOD FOR FORMING SOLUTION-FILM AND ITS PRODUCT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To suppress generation of unevenness of coating when a solution-film is coated with a mat agent.

SOLUTION: A cellulose ester solution is cast on a substrate by a cast die, and a web cooled and made to gel on the substrate is stripped off from the substrate. This web is drawn by a tenter to obtain a cellulose ester film. Clearance of a lip of the cast die is adjusted at various parts in the width direction. A thickness distribution in the widthwise direction inside of knurlings provided on both ends of the film is made to a thickness which does not exceed a base line L1 when a straight line connecting both ends is the base line L1. In addition, a difference  $\Delta t$  between the thickest part and the thinnest part after drying is made to be 0.3-4  $\mu\text{m}$ .

When the film is wound into a roll-like shape, there exists no possibility of sticking of the films each other. Generation of unevenness of static electrification caused by peeling of the stuck part and generation of unevenness of coating are suppressed.



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2003-285367  
(P2003-285367A)

(43)公開日 平成15年10月7日(2003.10.7)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード*(参考)
B 2 9 C 55/02		B 2 9 C 55/02	2 H 0 4 9
41/28		41/28	4 F 0 7 1
C 0 8 J 5/18	C E P	C 0 8 J 5/18	C E P 4 F 2 0 5
G 0 2 B 5/30		G 0 2 B 5/30	4 F 2 1 0
// B 2 9 K 1:00		B 2 9 K 1:00	
審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 7 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号 特願2002-89614(P2002-89614)

(22)出願日 平成14年3月27日(2002.3.27)

(71)出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社  
神奈川県南足柄市中沼210番地

(72)発明者 中村 敏和

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真  
フイルム株式会社内

(72)発明者 山崎 英数

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真  
フイルム株式会社内

(74)代理人 100075281

弁理士 小林 和憲

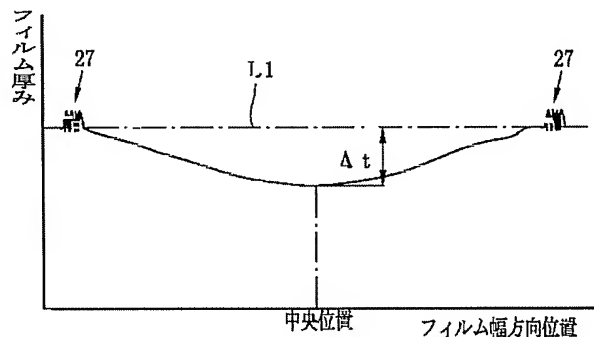
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 溶液製膜方法及びその製造物

(57)【要約】

【課題】 溶液製膜フィルムへのマット剤塗布時における塗布むらの発生を抑える。

【解決手段】 セルロースエステル溶液を流延ダイにより支持体に流延し、支持体上で冷却ゲル化したウェブを支持体からはぎ取る。このウェブをテンタにより延伸してセルロースエステルフィルムを得る。流延ダイのリップのクリアランスを幅方向の各部において調整する。これにより、前記フィルムの両端部に設けられたナーリングの内側の幅方向厚み分布が、前記両端部を結んだ直線を基線L1としたときに、この基線L1を超えない厚みにする。また、最も厚い部分と薄い部分の差 $\Delta t$ を乾燥後で $0.3\mu\text{m}$ 以上 $4\mu\text{m}$ 以下にする。フィルムをロール状に巻き取った時にフィルム同士が接着してしまうことがなくなる。接着部分の剥離に起因する帯電むらの発生が抑えられ、塗布むらの発生が抑制される。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 セルロースエステルフィルムであって、このフィルムの両端部に設けられたナーリングよりも内側の幅方向厚み分布において、前記両端部を結んだ直線を基線としたときに、この基線を超えない厚みとし、かつ最も厚い部分と薄い部分の差を $0.3\mu\text{m}$ 以上 $4\mu\text{m}$ 以下にしたことを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【請求項2】 前記厚み分布は、前記差の最大値がフィルム幅方向のほぼ中央部にあり、前記中央部に向かうに従い次第に厚みが減ることを特徴とする請求項1記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項3】 前記フィルムの厚みは $30\mu\text{m}$ 以上 $200\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項1または2記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項4】 セルロースエステル溶液を流延ダイにより支持体に流延し、支持体上で冷却ゲル化したウェブを前記支持体からはぎ取った後に、テンタにより延伸してセルロースエステルフィルムを製膜する溶液製膜方法において、

前記セルロースエステルフィルムの両端部に設けられたナーリングよりも内側の幅方向厚み分布が、前記両端部を結んだ直線を基線としたときに、この基線を超えない厚みであり、かつ最も厚い部分と薄い部分の差が乾燥後で $0.3\mu\text{m}$ 以上 $4\mu\text{m}$ 以下になるように、前記流延ダイのリップのクリアランスを幅方向の各部で調整することを特徴とする溶液製膜方法。

【請求項5】 請求項1ないし3いずれか1つ記載のフィルムを有することを特徴とする偏光板用保護フィルム。

【請求項6】 請求項5記載の偏光板用保護フィルムを有することを特徴とする偏光板。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、溶液製膜方法及びその製膜方法により製造されるセルロースエステルフィルム、偏光板用保護フィルム、偏光板などの製造物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】セルロースアシレート、特に57.5ないし62.5%の平均酢化度を有するセルロースアセテートは、その強靱性と難燃性から、フィルムの形状にして写真感光材料の支持体として利用されている。また、セルロースアシレートフィルムは、光学的等方性に優れていることから、近年市場の拡大している液晶表示装置の偏光板の保護フィルムおよびカラーフィルタの用途に適している。

【0003】一般に、セルロースアシレートフィルムは溶液製膜法により製造されている。溶液製膜法は、メルトキャスト法などの他の製造方法と比較して、光学的性

質や物性が優れたフィルムを製造することができる。この溶液製膜法では、以下のようにフィルムが形成される。始めに、セルロースアシレートを溶剤中に溶解した溶液（以下、ドーパと称する）を調製する。ドーパには製造されるフィルムの目的に応じて、様々な添加剤が付与される。次に、ドーパをドラムやスチールバンドなどの支持体上に流延した後に乾燥して、フィルムが得られる。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】このようにして製造されたフィルムに対しては、表面のアンチグレア処理のため、マット剤を塗布することが一般に行われている。しかしながら、上記マット剤の塗布時にハジキが発生して濃淡むらとなることがあり、商品価値を損なうという問題があった。

【0005】本発明は上記課題を解決するためのものであり、マット剤等の塗布時のハジキの発生を抑えて、濃淡むらのないフィルムが得られるようにした溶液製膜方法及びその製造物を提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】上記塗布時のハジキ発生を解析したところ、フィルムそのものの厚みむらが大きな要因になっていることを本発明者らは見いだした。すなわち、フィルムの幅方向における厚み分布において、部分的に突出した部分があると、その厚みむらに起因して、ロール状に巻き取ったときにこの突出部分で接着が発生する。そして、マット剤の塗布時にフィルムが引き出されると、この接着部分で剥離時に帯電ムラが発生し、この帯電ムラによってハジキが発生して濃淡むらとなることが判った。

【0007】この知見に基づき、本発明では、セルロースエステルフィルムであって、このフィルムの両端部に設けられたナーリングよりも内側の幅方向厚み分布において、前記両端部を結んだ直線を基線としたときに、この基線を超えない厚みとし、かつ最も厚い部分と薄い部分の差を $0.3\mu\text{m}$ 以上 $4\mu\text{m}$ 以下にしている。なお、前記厚み分布は、前記差の最大値がフィルム幅方向のほぼ中央部にあり、前記中央部に向かうに従い次第に厚みが減るようにすることが好ましい。また、前記フィルムの厚みは $30\mu\text{m}$ 以上 $200\mu\text{m}$ 以下が好ましく、幅は $500\text{mm}$ 以上 $3000\text{mm}$ 以下が好ましい。このようにして製造されたセルロースエステルフィルムは、光学補償フィルムの素材として更に偏光板用保護フィルムとして好ましく用いられ、これらを利用して液晶表示装置が構成される。

【0008】また、本発明では、セルロースエステル溶液を流延ダイにより支持体に流延し、支持体上で冷却ゲル化したウェブを前記支持体からはぎ取った後に、テンタにより延伸してセルロースエステルフィルムを製膜する溶液製膜方法において、前記セルロースエステルフィ

ルムの両端部に設けられたナーリングよりも内側の幅方向厚み分布が、前記両端部を結んだ直線を基線としたときに、この基線を超えない厚みであり、かつ最も厚い部分と薄い部分の差が乾燥後で $0.3\mu\text{m}$ 以上 $4\mu\text{m}$ 以下になるように、前記流延ダイのリップのクリアランスを幅方向の各部において調整している。

#### 【0009】

【発明の実施の形態】〔フィルム〕本発明のフィルムは、溶液製膜法によって形成されるものであれば特に限定されない。特に好ましくは、偏光板保護フィルムなどに用いられるセルロースアシレートフィルムである。セルロースアシレートフィルムは、種々のエステルセルロースアシレートを用いることが可能である。しかしながら、偏光板保護フィルムとしての機能から、寸法の安定性に優れた57.5から62.5%の平均酢化度のセルロースアセテートを用いることが好ましい。もっとも好ましくは、平均酢化度が58.0から62.5%のセルロースアセテートである。

【0010】〔溶剤〕本発明の溶液製膜フィルムは、公知の溶剤を使用したドーブから製造することができる。フィルムの原料にセルロースアシレートを用いた場合、溶剤には、メチレンクロライド（ジクロルメタン）などのハロゲン化炭化水素、エステル、エーテル、アルコールなどを使用することができる。また、これら溶剤を複数混合させた溶剤から製膜したフィルムも本発明には含まれる。

【0011】溶解したドーブは汙過により異物を除去することが一般的である。汉過には汉紙、汉布、不織布、金属メッシュ、焼結金属、多孔板等、公知の各種汉材を用いることが可能である。汉過することにより、ドーブ中の異物、未溶解物を除去することができ、製品フィルム中の異物による欠陥を軽減することができる。

【0012】また、一度溶解したドーブを加熱して、さらに溶解度の向上を図ることもできる。ドーブは種々の方法で加熱してよく、例えば、静置したタンク内で攪拌しながら加熱する方法、多管式、静止型混合器付きジャケット配管等の各種熱交換器を用いてドーブを移送しながら加熱する方法などを用いてよい。また、加熱工程の後に冷却工程を設け、装置の内部を加圧することにより、ドーブの沸点以上の温度に加熱することも可能である。これらの加熱処理を施すことにより、完全に溶解されていなかった微小な未溶解物を溶解することができ、製品フィルムの異物の減少、汉過の負荷軽減が図れる。

【0013】〔添加剤〕さらに、公知の添加剤をドーブに添加させることも可能である。添加剤としては、可塑剤、紫外線吸収剤などが挙げられるがこれらに限定されない。また、ドーブ中には、他の添加剤としてシリカ、カオリン、タルクなどを添加することも可能である。これらの添加剤は、ドーブを調製する際に同時に混合してもよく、また、ドーブを調製した後に、移送する際に静

止型混合器などを用いてインラインで混合してもよい。

【0014】図1はセルロースアシレートフィルムの製膜ラインの一例を示している。セルロースアシレートと溶媒とはミキシングタンク10内に注入され、攪拌翼11で攪拌されてドーブ12が調製される。この時、ドーブ12には、疎水性可塑剤及び紫外線吸収剤などの添加剤を混合してもよい。ドーブ12は、ポンプ13により汉過装置14に送られて不純物が除去される。さらに、ドーブ12は、一定の流量で流延ダイ15に送られ、ベルト16上に流延される。そして、図示しない駆動装置により回転駆動されるベルト16上で徐々に溶剤が揮発し、フィルム17が形成される。なお、ベルトに代えてドラムに流延してもよい。

【0015】図2に示すように、流延ダイ15のリップ15aには、そのクリアランスCを調整するための調整ボルト25が設けられており、これを回動することにより、クリアランスCの調整が可能になる。この調整ボルト25は、流延ダイ15の幅方向に適宜間隔で設けられており、本実施形態ではピッチpは30mmピッチにしてある。この調整ボルト25の回動によって、クリアランスCは300～3000 $\mu\text{m}$ の範囲で調整可能にされる。このクリアランスCを変更することにより、後に説明するように、フィルム17の厚みむらの発生を抑えることができる。なお、調整ボルト25のピッチは、好ましくは10～100mmである。また、調整ボルト25は等間隔で配置する必要はなく、各調整ボルト25の間隔を適宜変更してよい。また、調整ボルト25は、流延ダイ15の流延方向に配置し、調整ボルトの回動によりダイリップを僅かに回転変位させることで、クリアランスCを変更するようにしているが、このクリアランスの変更は上記の方法に限定されるものではなく、他の種々の方法で行ってよい。

【0016】フィルム17がテンタ18に導入される時の、フィルム17中の揮発分Xは、10～250重量%であることが好ましく、15～120重量%が特に好ましい。250重量%を超えるとフィルムの自己支持性がなくなり、テンタ18による延伸が困難になる。また、反対に10重量%より小さい時には、フィルム17の乾燥が進んでいるためフィルム17の延伸が困難になる。なお、フィルムの乾量を基準とした揮発分Xは、
$$\text{揮発分X (\%)} = \{ (\text{フィルムサンプルの重量 (g)} - B) / B \} \times 100$$
から求めている。フィルムサンプルの重量は、テンタに導入する前のフィルムの一部をフィルムサンプルとして取り出して測定した値である。また、Bは、そのサンプルフィルムを115℃で空気恒温槽にて1時間乾燥した後に測定した重量(g)である。

【0017】テンタ18では、図示しないクリップによりフィルム17の両側縁部が挟持され、引っ張り装置によりフィルム17の幅方向で引っ張られることでフィル

ム１７が延伸される。なお、テンタ１８はクリップを用いているが、これに代えてピンを用いたテンタであってもよい。

【００１８】なお、延伸時の幅方向におけるフィルム１７の張力は、フィルム１７の組成や延伸率によって異なるが２５０～５０００Ｎ／ｃｍ<sup>２</sup>が好ましい。また、フィルムの延伸率は２～４０％が好ましい。延伸率が２％未満であるとフィルム１７を平面にする延伸が困難になり、逆に４０％を超えるとピン孔などから裂けてしまうため、好ましくない。

【００１９】図１に示すように、テンタ１８を出たフィルム１７はローラ２３、２４により乾燥ゾーン２０に送られて複数のローラ１９で搬送されながら乾燥されたのち、冷却ゾーン２１を通過して常温まで冷却されて巻き取り機２２で巻き取られる。この巻取りの前に刻印ローラ２６によりナーリング処理が行われる。このナーリング処理により、フィルム１７の両端部に微細なエンボスによるナーリングが付与される。このようにして巻き取られたフィルム１７を用いて、光学補償フィルムや偏光板が製造される。

【００２０】図３は、前記フィルム１７の幅方向における厚み分布を示しており、乾燥後のものである。フィルム１７の両端部の微細な凹凸部分２７は前記ナーリングによるものであり、このナーリングの内側の端部同士を結んだ直線からなる基線Ｌ１に対して、厚み分布はこの基線Ｌ１から突出することがないようにされている。また、最も厚い部分と薄い部分の差Δｔを０．３μｍ以上４μｍ以下にしている。なお、この差Δｔは好ましくは０．４μｍ以上３．５μｍ以下であり、より好ましくは０．５μｍ以上３．０μｍ以下である。また、フィルム１７の厚みは３０μｍ以上２００μｍ以下が好ましく、幅は５００ｍｍ以上３０００ｍｍ以下が好ましく、より好ましくは１５００ｍｍ以上２０００ｍｍ以下である。

【００２１】図４に示すように、この差Δｔが０．３μｍ未満の場合には、ロール状にフィルムを巻き取ったときにフィルム同士で弱い接着が発生してしまう。また、図５に示すように、差Δｔが４μｍを超えると、ロール状にフィルムを巻き取ったときにロール状フィルムの上面が経時により陥没し、フィルム１７が変形してしまう。

【００２２】前記厚み分布は、図３に示すように、差Δｔがフィルム幅方向のほぼ中央部にあり、中央部に向かって従い次第に厚みが減るような下方に湾曲した分布となることが好ましい。このように、下方に湾曲した厚み分布とすることにより、図４に示す従来のフィルムの厚み分布のように部分的に前記基線Ｌ１から突出した部分Ｄ１、Ｄ２、Ｄ３がなくなり、ロール状に巻き取ったときに、この突出部分Ｄ１～Ｄ３でフィルム１７同士が接着してしまうことがなくなる。したがって、次のマット剤などの塗布工程において、接着した部分が剥離される際の帯電ムラの発生がなくなり、帯電ムラに起因する

ハジキを無くして、マット剤を均一に塗布することができ。

【００２３】このように差Δｔが中央部で最大となるように下方に湾曲した厚み分布とし、差Δｔの最大値が０．３μｍ以上４μｍ以下とするフィルム厚み分布を得るためには、流延ダイ１５のクリアランスＣをダイ１５の幅方向適宜位置において変更し、乾燥後のフィルム厚み分布を図３のようにする。クリアランスＣは、図２に示すようにクリアランス調整ボルト２５を回動することにより変更する。なお、調整ボルト２５に代えて、他の押圧部材によりリップを押圧して変位または変形させクリアランスＣを変更してもよい。

【００２４】なお、上記実施形態では、単層のフィルムを製膜する際に用いる流延ダイ１５を用いたが、これ他に、マルチマニフォールド型の共流延ダイを用いて複層構成のフィルムを製造する場合にも、本発明を適用することができる。同様にして、フィードブロック型の共流延ダイを用いてもよい。さらには、２個の流延口を用いて、第１の流延ダイから支持体に成型したフィルム上に第２の流延ダイから流延を行なう製造方法においても、総厚みが本発明の範囲に入るように各流延ダイを調節して、本発明を適用してもよい。なお、各流延ダイはコートハンガーダイを使用しているが、これに限定されるものではなく、Ｔダイ等の他の形状であってもよい。

【００２５】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を説明するが、本発明の態様はこれに限定されない。

【００２６】〔原料ドープの調製〕まず、セルローストリアセテート（置換度２．８）８９．３重量％、トリフェニルフォスフェート７．１重量％、ピフェニルジフェニルフォスフェート３．６重量％からなる固形分１００重量部に対して、シリカ微粒子分散液を適宜添加した。さらに、ジクロルメタン９２重量％、メタノール８重量％の混合溶媒を適宜添加し、攪拌して固形分を溶解し、ドープを調製した。ドープの固形分濃度は１８．５重量％であった。

【００２７】（実施例）上記ドープを図１の製膜ラインで流延し、ドープが自己支持性を持つまでベルト１６上で乾燥した後にフィルム１７としてはぎ取って、テンタ１８に導入した。テンタ１８への導入時のフィルム１７の揮発分Ｘは５５％であった。テンタ１８で延伸率を７％として幅方向にフィルムを延伸した。テンタ離脱直後から１００Ｎ／ｍのテンションでロール搬送を行ない、さらに乾燥して巻き取った。この時のフィルムの乾燥厚みは８０μｍであり、また、流延ダイ１５のリップ１５ａのクリアランスＣを調整ボルト２５を回動して、幅方向の各部において変更し、図３に示すような乾燥後の厚み分布を得た。この実施例では、幅方向の厚み分布において部分的に突出したところがなく、ロール状に巻き取ったときにこの突出部分で接着が発生することがなかつ

た。このため、次のマット剤塗布工程において、突出部分に起因する接着による剥離時の帯電むらが発生することがなく、ほぼ均一にマット剤を塗布することができた。また、ロール状に巻き取った時に経時による陥没がなく、フィルム17の変形の発生が抑えられた。

【0028】(比較例1) 流延ダイ15のリップ15aのクリアランス制御を図6に示す厚み分布となるように行い、それ以外は実施例と同様にして製膜した。この場合には、乾燥後のフィルム幅方向における厚み分布が図6に示すようになり、部分的に突出した部分D4、D5があり、しかもこの突出部分D4、D5が基線L1を超えて突出していた。このため、ロール状に巻き取った時にこの突出部分D4、D5で接着が発生し、次のマット剤塗布工程で、フィルム17を引き出す際に、接着部分の剥離により帯電ムラが発生し、これに起因してマット剤の塗布ムラが発生した。

【0029】(比較例2) 流延ダイ15のリップ15aのクリアランス制御を図5に示す厚み分布となるように行い、それ以外は実施例と同様にして製膜した。この場合には、乾燥後のフィルム幅方向における厚み分布が図5に示すようになり、差 $\Delta t$ が $5\mu\text{m}$ となった。この場合には、ロール状にフィルムを巻き取ったときにロール状フィルムの上表面が経時により陥没し、フィルム17が変形してしまった。

【0030】

【発明の効果】本発明によれば、セルロースエステルフィルムであって、このフィルムの両端部に設けられたナールリングよりも内側の幅方向厚み分布において、前記両端部を結んだ直線を基線としたときに、この基線を超えない厚みとし、かつ最も厚い部分と薄い部分の差を $0.3\mu\text{m}$ 以上 $4\mu\text{m}$ 以下にしたから、ロール状に巻き取ったときにフィルム同士が接着してしまうことがなくなり、次のマット剤等の塗布工程において、接着部分の剥

離による帯電むらが発生することがなく、マット剤等を均一に塗布することができる。したがって、マット剤等の塗布むらのないフィルムが得られ、光学補償フィルム、偏光板用保護フィルム等の光学部材として用いて好適なものとなる。

【0031】また、前記厚み分布は、前記差の最大値がフィルム幅方向のほぼ中央部にあり、前記中央部に向かうに従い次第に厚みが減るようにしたから、厚み分布において部分的な突出部分がより一層なくなり、塗布むらの発生が抑えられる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る溶液製膜方法を説明するための概略図である。

【図2】フィルムの幅方向における厚み分布を変えるための、流延ダイのリップ周りを示す概略図である。

【図3】本発明により得られたフィルムの幅方向における厚み分布を示す線図であり、横軸は幅方向位置を示し、縦軸は厚みを示している。

【図4】従来のフィルムの幅方向における厚み分布を示す線図である。

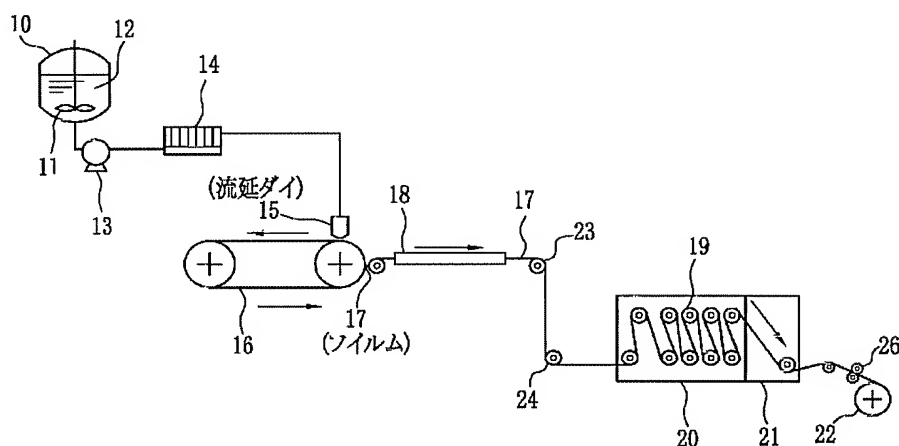
【図5】従来のフィルムの幅方向における厚み分布を示す線図である。

【図6】比較例でのフィルム幅方向における厚み分布を示す線図である。

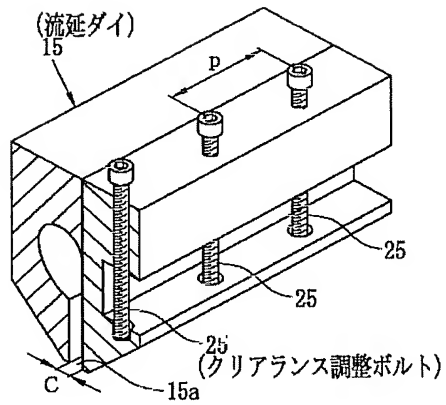
【符号の説明】

- 12 ドープ
- 15 流延ダイ
- 15a リップ
- 16 ベルト
- 17 フィルム
- 18 テンタ
- 25 クリアランス調整ボルト
- C クリアランス

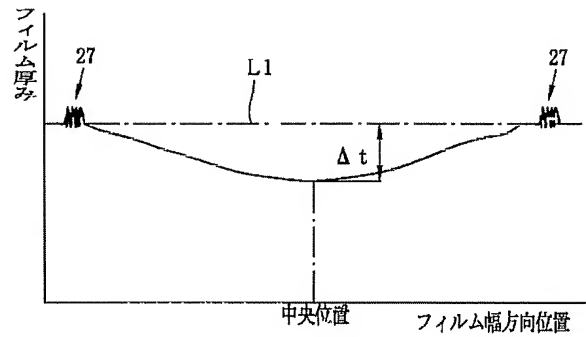
【図1】



【例2】

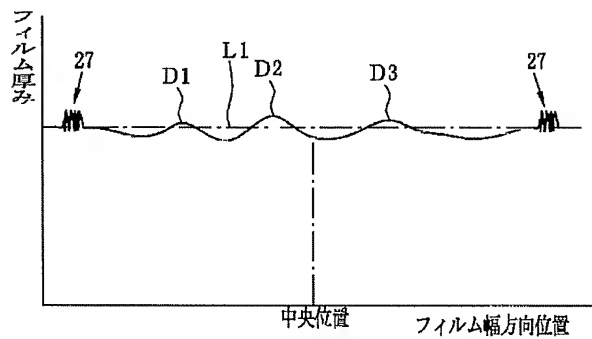


【図3】

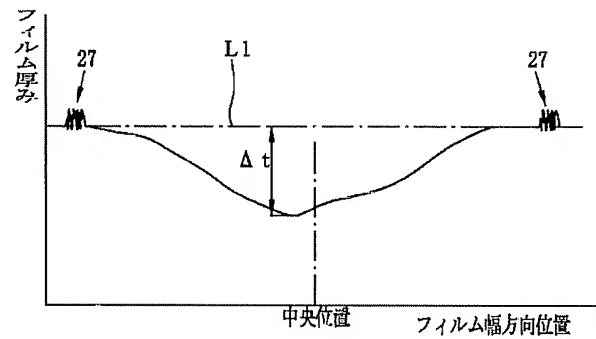
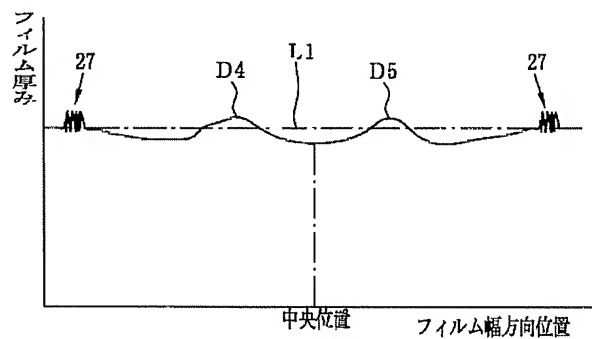


【図5】

【図4】



【図6】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

B 2 9 L 7:00

C O 8 L 1:08

識別記号

F I

B 2 9 L 7:00

C O 8 L 1:08

(参考)

F ターム(参考) 2H049 BB33 BC09  
4F071 AA09 AF35 AH16 BA02 BB02  
BB07 BC01 BC12  
4F205 AA01 AG01 AR12 GA07 GB02  
GC07 GN10 GN11 GN24  
4F210 AA01 AG01 AH73 QA02 QC03  
QD01 QG01 QG18 QW17